

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS



PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

REC'D 30 MAY 2006

WIPO

(Kapitel II des Vertrags über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts TP 038-P-WO	WEITERES VORGEHEN siehe Formblatt PCT/IPEA/416	
Internationales Aktenzeichen PCT/CH2005/000035	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 24.01.2005	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 12.03.2004
Internationale Patentklassifikation (IPC) oder nationale Klassifikation und IPC INV. C08G63/78 C08G63/80 C08G69/30 C08G69/28 C08G64/20		
Anmelder BJHLER AG et al.		
<p>1. Bei diesem Bericht handelt es sich um den internationalen vorläufigen Prüfungsbericht, der von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde nach Artikel 35 erstellt wurde und dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt wird.</p> <p>2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 6 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.</p> <p>3. Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; diese umfassen</p> <p>a. <input checked="" type="checkbox"/> (an den Anmelder und das Internationale Büro gesandt) insgesamt 8 Blätter; dabei handelt es sich um</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Blätter mit der Beschreibung, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit Berichtigungen, denen die Behörde zugestimmt hat (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsvorschriften).</p> <p><input type="checkbox"/> Blätter, die frühere Blätter ersetzen, die aber aus den in Feld Nr. 1, Punkt 4 und im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde eine Änderung enthalten, die über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgeht.</p> <p>b. <input type="checkbox"/> (nur an das Internationale Büro gesandt) insgesamt (bitte Art und Anzahl der/des elektronischen Datenträger(s) angeben), der/die ein Sequenzprotokoll und/oder die dazugehörigen Tabellen enthält/enhalten, nur in elektronischer Form, wie im Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll angegeben (siehe Abschnitt 802 der Verwaltungsvorschriften).</p>		
<p>4. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Feld Nr. I Grundlage des Berichts</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. II Priorität</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. III Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. IV Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. VI Bestimmte angeführte Unterlagen</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung</p>		
Datum der Einreichung des Antrags 03.08.2005	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 29.05.2006	
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde  Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Lauteschlaeger, S Tel. +49 89 2399-8303 	

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

Internationales Aktenzeichen
PCT/CH2005/000035

Feld Nr. I Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Sprache** beruht der Bescheid auf

- ☒ der internationalen Anmeldung in der Sprache, in der sie eingereicht wurde.
- ☐ einer Übersetzung der internationalen Anmeldung in die folgende Sprache, bei der es sich um die Sprache der Übersetzung handelt, die für folgenden Zweck eingereicht worden ist:
 - ☐ internationale Recherche (nach Regeln 12.3 a) und 23.1 b))
 - ☐ Veröffentlichung der internationalen Anmeldung (nach Regel 12.4 a))
 - ☐ internationale vorläufige Prüfung (nach Regeln 55.2 a) und/oder 55.3 a))

2. Hinsichtlich der **Bestandteile*** der internationalen Anmeldung beruht der Bericht auf *(Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt)*:

Beschreibung, Seiten

3-7, 9, 10, 12-14

in der ursprünglich eingereichten Fassung

1, 1a, 2, 8, 11

eingegangen am 03.08.2005 mit Schreiben vom 29.07.2005

Ansprüche, Nr.

1-16

eingegangen am 03.08.2005 mit Schreiben vom 29.07.2005

☐ einem Sequenzprotokoll und/oder etwaigen dazugehörigen Tabellen - siehe Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll

3. ☐ Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung: Seite
- ☐ Ansprüche: Nr.
- ☐ Zeichnungen: Blatt/Abb.
- ☐ Sequenzprotokoll (*genaue Angaben*):
- ☐ etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (*genaue Angaben*):

4. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der diesem Bericht beigelegten und nachstehend aufgelisteten Änderungen erstellt worden, da diese aus den im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2 c)).

- ☐ Beschreibung: Seite
- ☐ Ansprüche: Nr.
- ☐ Zeichnungen: Blatt/Abb.
- ☐ Sequenzprotokoll (*genaue Angaben*):
- ☐ etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (*genaue Angaben*):

* Wenn Punkt 4 zutrifft, können einige oder alle dieser Blätter mit der Bemerkung "ersetzt" versehen werden.

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

Internationales Aktenzeichen
PCT/CH2005/000035

Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35 (2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung

Neuheit (N)

Ja: Ansprüche 1-16

Nein: Ansprüche

Erfinderische Tätigkeit (IS)

Ja: Ansprüche

Nein: Ansprüche 1-16, siehe Beiblatt

Gewerbliche Anwendbarkeit (IA)

Ja: Ansprüche: 1-16

Nein: Ansprüche:

2. Unterlagen und Erklärungen (Regel 70.7):

siehe Beiblatt

VIII.

Der mittlere Granulatdurchmesser wird in der Anmeldung nicht definiert. Daher wird angenommen, dass alle Granulate unter den Anmeldegegenstand fallen, deren Durchmesser in mindestens einer Achse im genannten Bereich liegt.

V.

Es wird auf folgende Dokumente Bezug genommen:

- D1: US-B1-6 284 866 (SCHIAVONE ROBERT JOSEPH) 4. September 2001 (2001-09-04)
- D2: GB-A-1 250 690 (HOECHST -AG) 20. Oktober 1971 (1971-10-20)
- D3: US-A-4 205 157 (DUH, BEN) 27. Mai 1980 (1980-05-27)
- D4: US-A-5 204 377 (FUKAWA ET AL) 20. April 1993 (1993-04-20)
- D5: US-A-5 391 694 (DUH ET AL) 21. Februar 1995 (1995-02-21)
- D6: US-A-3 586 647 (ROSS A. KREMER) 22. Juni 1971 (1971-06-22)
- D7: DATABASE WPI Week 199627 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 1996-263173 XP002324006 & JP 08 108428 A (TEIJIN KASEI LTD) 30. April 1996 (1996-04-30)
- D8: DATABASE WPI Week 200415 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 2004-147807 XP002324007 & JP 2003 301036 A (TEIJIN LTD) 21. Oktober 2003 (2003-10-21)
- D9: PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Bd. 1998, Nr. 10, 31. August 1998 (1998-08-31) & JP 10 114820 A (IDEMITSU PETROCHEM CO LTD), 6. Mai 1998 (1998-05-06)
- D10: PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Bd. 1997, Nr. 10, 31. Oktober 1997 (1997-10-31) & JP 09 157381 A (IDEMITSU PETROCHEM CO LTD), 17. Juni 1997 (1997-06-17)

1. Neuheit

- 1.1. Gemäß D1 und D5 werden Verfahren zur Polyesterherstellung beschrieben, die die Schritte a)-d) bestehen; für den Durchmesser der Granulate wird ein allgemeiner Bereich von 1-10mm angegeben.

Der Gegenstand des anmeldungsgemäßen Verfahrens kann, gemäß der Rechtsprechung des EPA, gegenüber D1 und D5 als neue Auswahl angesehen werden, denn der für den Granulatdurchmesser ausgewählte Bereich ist eng und entfernt von den in den Beispielen (von D5) angegebenen Werten. Außerdem ist es

glaubhaft, dass (wie in der Anmeldung, allerdings ohne Beweise behauptet) in dem ausgewählten Bereich die SSP-Geschwindigkeit höher ist. Letzteres allerdings nur, weil dies aus der zitierten Literatur hervorgeht (D5, D6, s. Argumentation zur ET).

- 1.2. Gegenüber D7 kann die Neuheit anerkannt werden, da bei diesem Verfahren die Granulierung nicht aus der Polymersschmelze erfolgt.

2. Erfinderische Tätigkeit

- 2.1. Wie von der Anmelderin bereits beschrieben, ist es gängig, Polykondensate (PEST, PA, PC) durch die Schritte a) - d) herzustellen. Gemäß D1, D2, D5 wird z.B. in Schritt b) das Granulat beim Austritt aus der Granulationsvorrichtung geschnitten. Diese Granulatherstellungsmethode ist die Methode der Wahl um beliebige, einheitlich geformte Pellets herzustellen (s. D2). Die Partikelgröße des Granulates hat dieselbe Größenordnung wie anmeldungsgemäß (D1: 1-10mm, D2: 2,5- 3 mm ; D5: ex. 1.87-2,36mm). Von der Aufgabenstellung her wäre D5 als nächstliegend anzusehen, denn auch hier wird das Oberflächen/Volumenverhältnis der Granulatpartikel erhöht um die Diffusion zu erhöhen und dadurch hohe SSP- Geschwindigkeiten zu erzielen. Gemäß D5 geschieht dies durch Verwendung spezieller Pelletformen (was auch anmeldungsgemäß nicht ausgeschlossen ist).

- 2.2. Die Anmelderin hat nun etwas kleinere Granulatdurchmesser (als in D2 und D5) gewählt.

- 2.3. Für die o.g. Auswahl wurde kein technischer Effekt gezeigt, es ist jedoch angesichts der vorliegenden Literatur glaubhaft, dass bei geringeren Partikelgrößen die SSP mit höherer Geschwindigkeit stattfindet.

Gegenüber D5 wurde offensichtlich die Aufgabe gelöst weniger brüchige Pellets mit einfacheren Vorrichtungen herzustellen (möglicherweise jedoch unter Inkaufnahme geringerer SSP-Geschwindigkeiten, falls das Oberflächen/Volumenverhältnis dadurch erniedrigt wird).

- 2.4. Für den Fachmann, der o.g. Aufgabe lösen wollte war es klar, dass übliche massive Standardpellets wie sie in D1, D2 und den Vergleichsversuchen von D5 verwendet werden (Standardpellets S (= massive Pellets mit d= 1.87 mm die gemäß a)-d) hergestellt werden) o.g. Nachteile (Brüchigkeit, komplizierte Apparatur) nicht aufweisen.

Außerdem weiß der Fachmann (vgl. z.B. D5, column 1, lines 36-61, D6, column 1, lines 35-40 usw.), dass kleinere Partikeldurchmesser, bzw. eine große

Partikeloberfläche die Geschwindigkeit der SSP (Reaktion weniger diffusionskontrolliert) erhöhen. (Ohne diese Erkenntnis ließe sich auch gemäß EPÜ-Rechtsprechung die Neuheit des vorliegenden Anmeldungsgegenstandes nicht anerkennen, s. Punkt 1.1. oben).

Es gibt zahlreiche Dokumente, die SSP an feinen Prepolymer-Partikeln beschreiben (Vgl. z.B. D3 (28-200 mesh (= 0,590-0,074 mm), D4 ("powder" $d < 250 \mu\text{m}$ oder Granulat mit z.B. 1mm Durchmesser (Bsp. 19)).

Weitere Dokumente die SSP an Prepolymeren mit Partikelgrößen der anmeldungsgemäßen Größenordnung beschreiben sind D9 und D10.

Da es, andererseits bekannt war, dass zu kleine Partikel leichter verkleben und schlechter handzuhaben sind, war es naheliegend eine Untergrenze für die Partikelgröße vorzugeben.

Außerdem überlappt der anmeldungsgemäße Bereich mit den gemäß D1 empfohlenen Granulatdurchmessern.

Daher war es, wenn man die Aufgaben lösen wollte möglichst bruchfeste, einfach herzustellende Pellets zu fabrizieren und außerdem gute SSP-Geschwindigkeiten zu erzielen, naheliegend, massive, möglichst kleine Pellets zu verwenden. Falls diese nicht verkleben und gut handhabbar sein sollen, war es klar, dass diese nicht zu klein sein dürfen.

Auch wenn der gewählte Bereich nicht explizit in der Literatur beschrieben wurde, könnte seine Auswahl nur dann eine erfinderische Tätigkeit begründen, wenn gezeigt würde, dass in diesem Bereich ein unerwarteter Effekt auftritt. Eine willkürliche Auswahl eines neuen Bereiches ist dafür nicht ausreichend.

Weitere Ausführungsformen, wie z.B. das Schneiden im Granulationsschritt mittels eines Flüssigkeitsstrahls sind ebenfalls bekannt und wurden bereits für den anmeldungsgemäßen Zweck genutzt (vgl. D2). Eine Erhöhung der Granulatoberfläche durch Zugabe von Treibmittel (Anspruch 17) ist ebenfalls bekannt (D6, poröses Granulat).

Eine anmeldungsgemäß beschriebene, erfinderische technische Maßnahme ist daher momentan nicht erkennbar.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines teilkristallinen Polykondensates, insbesondere eines Polyesters oder Polyamides, bestehend aus den Schritten:
 - a) Herstellen einer Polykondensat-Prepolymerschmelze,
 - b) Formen von Granulaten und Verfestigen der Polykondensat-Prepolymerschmelze mittels einer Granulationsvorrichtung, wobei die Granulate beim Austritt aus der Granulationsvorrichtung geschnitten werden,
 - c) Anheben des Kristallisationsgrades der Prepolymergranulate,
 - d) Anheben des Molekulargewichtes der Granulate mittels Festphasen-Polykondensation,

dadurch gekennzeichnet, dass im Schritt b) Granulate mit einem mittleren Durchmesser von 0.4 – 1.7 mm, insbesondere von 0.6 – 1.2 mm geformt werden.

A1+A2

2. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Polykondensat-Prepolymerschmelze durch eine Düsenplatte mit einer Vielzahl von Düsenlöchern gepresst wird, die bevorzugterweise auf zumindest einer Ringbahn angeordnet sind.
3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Schneiden im Granulationsschritt b) mittels eines umlaufenden Messers erfolgt.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Schneiden im Granulationsschritt b) mittels eines Fluidstrahles, insbesondere mittels eines Flüssigkeitsstrahles erfolgt.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Polyester um ein Polyethylenterephthalat, ein Polybutylenterephthalat, ein Polyethylenaphthalat oder eines ihrer Copolymere handelt.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der Polykondensat-Prepolymerschmelze um eine Polyester-schmelze, insbesondere um die Schmelze eines Polyethylenterephthalats oder eines seiner Copolymere mit einem Polymerisationsgrad analog zu einem IV-Wert von 0.18 bis 0.45dl/g handelt.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Prepolymergranulate beim Eintritt in den Kristallisationsschritt c) eine Kristallinität von weniger als 10% aufweisen.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Kristallisationsschritt c) in einem Fließbett oder Wirbelbettreaktor unter Einwirkung eines Fluidisierungsgases erfolgt.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die durchschnittliche Temperatur der Prepolymergranulate (in °C) im Übergang vom Granulationsschritt b) zum Kristallisationsschritt c) nicht unter einen Wert von 1/4 der Schmelztemperatur T_{mPrP} (in °C) fällt.
10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass im Granulationsschritt b) zum Schneiden eine Flüssigkeit verwendet wird, die grossteils von den Prepolymergranulaten abgetrennt wird, bevor diese dem Kristallisationsschritt c) zugeführt werden.
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass Wasser als Flüssigkeit verwendet wird.
12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Polykondensat um ein Copolymer von Polyethylenterephtha-

lat handelt, wobei die Dikarbonsäure-Komponente zu mehr als 96 mol-% aus Terephthalsäure besteht und die Diol-Komponente zu mehr als 94 mol-% oder weniger als 84 mol-% aus Ethylenglykol besteht.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Polykondensat um ein Copolymer von Polyethylenterephthalat handelt, wobei die Diol-Komponente zu mehr als 98 mol-% aus Ethylenglykol besteht.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Polykondensat um ein Copolymer von Polyethylenterephthalat handelt, wobei die Dikarbonsäure-Komponente zu 96 mol-% bis 99 mol-% aus Terephthalsäure besteht.
15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass gleichzeitig mit dem Kristallisationsschritt c) ein Aufheizen auf eine geeignete Temperatur zur Festphasen-Polykondensation erfolgt.
16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass poröse Granulate erzeugt werden, indem man der Prepolymerschmelze, vorzugsweise in Schritt a) und/oder in Schritt b), ein Treibmittel zusetzt.



Verfahren zur Herstellung eines teilkristallinen Polykondensates

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines teilkristallinen Polykondensates, insbesondere eines Polyesters oder Polyamides, mit den folgenden Schritten:

- a) Herstellen einer Polykondensat-Prepolymerschmelze;
- b) Formen von Granulaten und Verfestigen der Polykondensat-Prepolymerschmelze mittels einer Granulationsvorrichtung, wobei die Granulate beim Austritt aus einer Düse der Granulationsvorrichtung geschnitten werden;
- c) Anheben des Kristallisationsgrades der Prepolymergranulate; und
- d) Anheben des Molekulargewichtes der Granulate mittels Festphasen-Polykondensation.

Stand der Technik

Die WO 01/42334 (Schiavone) beschreibt ein Verfahren, das die PET-Herstellung so optimiert, dass eine Preform (Vorformling) mit verbesserten Eigenschaften hergestellt werden kann, was durch den Einsatz eines hohen Comonomer-Anteils erreicht wird. Eine Optimierung bezüglich des Partikelherstellprozesses ist jedoch nicht durchgeführt und die Möglichkeit, verbesserte Eigenschaften durch die richtige Wahl der Partikelgrösse zu erzeugen, wird nicht erkannt. Dadurch ist der Prozess limitiert auf Polyethylenterephthalat mit hohem Copolymeranteil, was einerseits einen negativen Einfluss auf die Behandlung in der SSP hat und andererseits den Einsatzbereich des so hergestellten PET limitiert.

Die US 5,391 694 beschreibt ein Verfahren zur Festphasen-Polymerisation von Polyestern, wobei eine Optimierung des Prozesses über die Form der Polyesterpartikel erreicht wird. So werden z.B. Polyesterpartikel mit C-förmigem oder O-förmigen Querschnitt als Beispiel von Pellets mit nach aussenoffenen Hohlräumen beschrieben. Die

Herstellung derartiger Pellets erfordert aber spezielle Düsen und eine extrem rasche Abkühlung der Polyester-Schmelze nach deren Austritt aus der Düse, um den speziellen Pellet-Querschnitt mit offenem Hohlraum einzufrieren, bevor er sich zu einem kompakten Strang bzw. Tropfen zusammenzieht. Auch hier wird eine Optimierung des Prozesses durch die richtige Wahl der Partikelgrösse nicht erkannt.

Die DE 198 49 485, Geier et al., und die DE 100 19 508, Matthaei et al., beschreiben jeweils Verfahren zur Vertropfung und Kristallisation von Polyestern in einem Tropfturm. Im Tropfturm besteht jedoch die Gefahr, dass einzelne Granulate zusammenprallen und verkleben. Die einzige Möglichkeit, ein solches Verfahren durchzuführen, besteht

darin, die Tropfenabstände so weit zu erhöhen, dass die Granulatkollisionen auf ein akzeptables Mindestmass reduziert werden. Das daraus resultierende Verhältnis der Apparategrösse (Durchmesser der Tropfdüse und des Tropfturms) zum erreichbaren Durchsatz wird so gross, dass für eine Anlage im kommerziellen Massstab eine Vielzahl an kostspieligen Tropftürmen parallel betrieben werden muss.

Die Erfindung

Demgegenüber ist es ein Ziel der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, das für eine Vielzahl von Polykondensaten einsetzbar ist, das gegenüber dem Stand der Technik verbesserte Produkteigenschaften erzielt und mit vereinfachten Techniken wirtschaftlich durchgeführt werden kann.

Diese Aufgabe wird durch das Verfahren gemäss Anspruch 1 gelöst, wonach bei dem eingangs genannten Verfahren erfindungsgemäss im Schritt b) Granulate mit einem mittleren Durchmesser von 0.4 – 1.7 mm, insbesondere von 0.6 – 1.2 mm geformt werden.

Dadurch wird ein ausreichend grosses Oberfläche/Volumen-Verhältnis der Granulatpartikel gewährleistet, wodurch die Diffusionsmenge pro Zeiteinheit gross wird und ein rascher IV-Anstieg bzw. Molekulargewichtsanstieg des Polykondensates erfolgen kann. Ausserdem lassen sich dadurch Abbaureaktionen des Polykondensates weitgehend unterdrücken.

Hierfür kann die Polykondensat-Prepolymerschmelze durch eine Düsenplatte mit einer Vielzahl von Düsenlöchern gepresst werden, die bevorzugterweise auf zumindest einer Ringbahn angeordnet sind.

Das Schneiden im Granulationsschritt b) kann mittels eines umlaufenden Messers erfolgen.

Erfindungsgemäss kann das Scheiden auch durch einen oder mehrere Fluidstrahlen oder Flüssigkeitsstrahlen unter hohem Druck (Wasserstrahl-Schneidesystem, Jet Cutting) erfolgen. Optional kann ein abrasives Schneidmittel zugegeben werden.

Auch eine Kombination von Gasstrahl und Flüssigkeitsstrahl kann als schneidender "Mischfluidstrahl" verwendet werden.

Weiterhin kann das Granulat auch durch Einsatz eines oder mehrerer Laserstrahlen (Laserstrahl-Schneiden oder Laser Cutting) erfolgen.

Die Lochzahl und die Schneidfrequenz müssen je nach dem Durchsatz der angestrebten Granulatgrösse angepasst werden, wobei durch den Einsatz mehrerer Schneidelemente die Schneidfrequenz um ein Vielfaches über der Umlauffrequenz der Schneidvorrichtung liegen kann. Die folgende Tabelle stellt die resultierende starke Abhängigkeit dar:

Granulatgrösse Durchmesser	0.5 mm			1mm			1.5mm			2mm		
Schneidfrequenz [Hz]	40	200	800	40	200	800	40	200	800	40	200	800
Durchsatz pro Loch [kg/(h*Loch)]	0.01	0.06	0.25	0.1	0.5	2	0.33	1.7	6.7	0.8	4	16

Bevorzugt sind Durchsätze von 0.1 – 2 kg/(h*Loch) und Schneidfrequenzen von 80 – 400 Hz.

Um ein Verkleben der geschnittenen Granulate zu verhindern, werden diese sofort von einer Flüssigkeit umgeben. Dazu kann die Granulation in der Flüssigkeit stattfinden, oder die Granulate können in einen Flüssigkeitsring geschleudert werden.

Geeignete Granulationsvorrichtungen sind bekannt unter der Bezeichnung "Kopfgranulation" oder "hot face granulation", "Unterwassergranulation" und "Wasserringgranulation".

Liegt die Temperatur der Prepolymergranulate, nachdem diese von der im Granulationsprozess verwendeten Flüssigkeit getrennt sind, unterhalb der geeigneten Kristallisationstemperatur, so müssen die Prepolymergranulate aufgeheizt werden. Dies kann zum Beispiel über eine beheizte Wand des Kristallisationsreaktors, über beheizte Einbauten im Kristallisationsreaktor, durch Strahlung oder durch das Einblasen eines heißen Prozessgases erfolgen.

Die geeignete Kristallisationszeit ergibt sich aus der Zeit, um das Produkt auf die Kristallisationstemperatur aufzuheizen, plus zumindest der Kristallisationshalbwertszeit bei der gegebenen Temperatur, wobei bevorzugterweise 2 bis 20 Halbwertszeiten zur Aufheizzeit dazugezählt werden, um eine ausreichende Vermischung zwischen kristallinem und amorphem Produkt zu erreichen.

Um ein Verkleben der kristallisierenden Prepolymergranulate zu verhindern, sollen diese relativ zueinander in Bewegung gehalten werden. Dies kann zum Beispiel durch den Einsatz eines Rührwerkes, eines bewegten Behälters oder unter Einwirkung eines Fluidisierungsgases erfolgen.

Besonders geeignete Kristallisationsreaktoren sind Fliessbett- oder Wirbelbettkristallisatoren, da diese nicht zur Staubbildung neigen.

Gleichzeitig mit dem Anheben des Kristallisationsgrades werden auch allfällige Reste der Flüssigkeit aus dem Granulierprozess entfernt.

Wird im Kristallisationsprozess ein Prozessgas im Kreislauf verwendet, so muss diesem genügend Frischgas oder gereinigtes Prozessgas zugesetzt werden, um eine übermäßige Anreicherung der Flüssigkeit zu verhindern. Die zur Festphasen-Polykondensation verwendeten Prozessgase können auch im Kristallisationsschritt eingesetzt werden, wobei in den unterschiedlichen Prozessstufen auch unterschiedliche Prozessgase zum Einsatz kommen können.